

corr. GB 1,179,171

(6)

Int. Cl. 3:

C 09 C 1/36

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



(11)

Auslegeschrift 15 92 951

(21)

Aktenzeichen: P 15 92 951.8-41

(22)

Anmeldetag: 5. 1. 67

(23)

Offenlegungstag: 11. 2. 71

(24)

Bekanntmachungstag: 2. 10. 80

(31)

Unionspriorität:

(32) (33) (31)

7. 1. 66 V.St.v.Amerika 519194



(54)

Bezeichnung:

Pigmentmasse auf der Basis von kristallinem Titandioxid und Verfahren zu deren Herstellung

(71)

Anmelder:

E.I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, Del. (V.St.A.)

(72)

Vertreter:

Abitz, W., Dr.-Ing.; Morf, D., Dr.; Pat.-Anwälte, 8000 München

(73)

Erfinder:

Werner, Alfred John, Newport, Del. (V.St.A.)

(55)

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 14 67 478

AT 2 39 937

BE 6 61 398

GB 8 59 729

US 28 85 366

US 29 57 753

DE 1592951 B2

Patentansprüche:

1. Pigmentmasse aus kristallinem Titandioxid, das durch Dampfphasen-Oxidation von Titan-tetrachlorid gewonnen wurde und mit einer Haut von dichtem, amorphem Siliciumdioxid in einer Menge von 0,5 bis 25 Gew.-% überzogen ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Siliciumdioxidhaut ihrerseits von 0,5 bis 25 Gew.-% ausgefälltem Al_2O_3 umgeben ist, welches aus löslichem Aluminat gewonnen wurde.

2. Verfahren zur Herstellung der Pigmentmasse gemäß Anspruch 1, bei dem man auf Titandioxidteilchen, die durch Dampfphasen-Oxidation von Titan-tetrachlorid hergestellt sind, einen Überzug von dichtem, amorphem Siliciumdioxid in einer Menge von 0,5 bis 25 Gew.-% des Titandioxids aufbringt, indem man eine wäßrige Aufschlämmung der Titandioxidteilchen mit der erforderlichen Menge an aktivem Siliciumdioxid vermischt, dann das Gemisch bei einem pH-Wert oberhalb 8 und einer Temperatur zwischen 40°C und dem Siedepunkt des Wassers und bei einer Alkalimetallionenkonzentration von unter etwa 1 n kräftig durchmischt, dadurch gekennzeichnet, daß man der Aufschlämmung der mit SiO_2 überzogenen TiO_2 -Teilchen bei einem pH unter 7 eine wäßrige Aluminat-Lösung in einer Menge zusetzt, die 0,5 bis 25 Gew.-% Al_2O_3 , bezogen auf TiO_2 , ergibt, dann den pH-Wert allmählich in den Bereich zwischen 7 und 8 erhöht und die Aufschlämmung so lange in diesem pH-Bereich hält, bis alles vorhandene lösliche Aluminium in Form eines wasserhaltigen Aluminiumoxids niedergeschlagen ist, und daß man dann die Pigmentteilchen in üblicher Weise isoliert, trocknet und vermahlt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Aluminiumoxid-Umhüllung aus löslichem Natriumaluminat aufbringt.

4. Verfahren nach Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß man Titandioxidpigmentteilchen mit einem Gehalt an 0,3 bis 3 Gew.-% Aluminiumoxid verwendet, die durch gleichzeitige Dampfphasen-Oxidation von Aluminiumchlorid und Titan-tetrachlorid erhalten wurden, und deren mittlere Teilchengröße zwischen 0,2 bis 0,5 Mikrometer im Durchmesser beträgt, daß man Siliciumdioxid in einer Menge zwischen 5 und 10% darauf abscheidet, wobei die Alkaliionenkonzentration während des Überzugsverfahrens unter 0,3 n gehalten wird, daß die Aufschlämmung bei der Ausfällung des Aluminiumoxids auf einen pH-Wert unter 3,5 angesäuert wird und die Trocknung des Produktes bei einer Temperatur unterhalb 250°C erfolgt.

Die Erfindung betrifft verbesserte Titandioxidpigmente, die hohe Deckkraft haben und in flüssigen Überzugsmassen äußerst leicht dispergierbar sind. Nach dem Trocknen zu dünnen Filmen sind diese Überzugsmassen glatt und äußerst beständig gegenüber Witterungseinflüssen. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung solcher neuer Pigmentmassen.

Titandioxidpigmente eignen sich in hervorragendem Maße für Farben, Emaille und Lacke. Ihre Qualität kann

noch weiter durch geeignete Veränderungen der Oberfläche der Pigmentteilchen verbessert werden, und zwar durch Überziehen der Oberfläche von Pigmenten aus calciniertem Titandioxid mit einer dichten Haut aus Siliciumdioxid, wie dies in der US-PS 28 85 336 beschrieben wird. Die Haltbarkeit bzw. Festigkeit von Filmen aus Farben, die aus einem solchen mit Siliciumdioxid überzogenen Pigment zubereitet wurden, ist stark verbessert, und zwar insbesondere hinsichtlich Wetterbeständigkeit.

Um die optimalen Pigmenteigenschaften von als Rutil vorliegendem Titandioxid zu entwickeln, das durch Chlorid-Dampfphasen-Oxidationsverfahren hergestellt wurde, muß man das Titandioxid mahlen. Dies erfolgt vorzugsweise in Prall- oder Strahlmühlen, obgleich gelegentlich auch Kugelmühlen oder andere herkömmliche Mühlen verwendet werden. Wenn im Falle des mit Siliciumdioxid beschichteten Titandioxids das Mahlen nur vor der Behandlung mit Siliciumdioxid erfolgt, dann bleiben während der Behandlung gegebenenfalls gebildete Aggregate in dem Produkt zurück und dispergieren sich nicht in organischen Flüssigkeiten, die als Träger für daraus hergestellte Farben verwendet werden. Der Glanz des Farbfilms wird nachteilig beeinflußt, und der Film sieht griesig aus. Jedoch auch dann, wenn das Mahlen nach der Behandlung mit Siliciumdioxid erfolgt, ist der gewünschte Grad der Korngrößenverringerng schwer zu erhalten und das Produkt ist schwierig zu dispergieren und hat nicht die optimale Deckkraft und den Glanz in Farbfilmen.

Die Ursache für die oben erwähnten Schwierigkeiten ist nicht genau bekannt. Ob es nun eine gewisse Affinität zwischen den mit Siliciumdioxid beschichteten Pigmentteilchen gibt, die der Grund für deren Agglomerieren sind, oder ob das Mahlen des Pigmentes den Siliciumdioxidüberzug aufbricht und die Titanteilchen so freilegt, daß eine Agglomeration möglich ist, oder ob es dafür eine etwas andere Erklärung gibt, so bleibt immer die Tatsache, daß ein derartig nachteiliges Fehlen von Glanz und Deckkraft ernsthaft die Brauchbarkeit des mit Siliciumdioxid behandelten Pigmentes herabsetzt.

Aus der OE-PS 2 39 937 ist die Herstellung von TiO_2 -Pigmenten bekannt, wobei auf das Rutil-Pigment in einer ersten Überzugsbildenden Stufe gemäß Anspruch 1 zunächst Silicate und/oder Metallsalze aufgebracht werden. Das so behandelte Pigment wird bei 100 bis 400°C getrocknet und gemahlen. Auf dieses getrocknete und gemahlene Produkt werden dann in einer zweiten Überzugsbildenden Stufe Silicate und/oder Al-Salze und/oder sonstige Metallsalze aufgebracht. Schließlich wird das Pigment hydriert, gewaschen, getrocknet und gemahlen. Aus der Beschreibung und den Beispielen der OE-PS 2 39 937 ergibt sich für die Auslegung des Anspruchs 1, daß man in der ersten Überzugsbildenden Stufe sowohl SiO_2 und Al_2O_3 gemeinsam, oder Al_2O_3 allein aufbringen kann, daß man jedoch SiO_2 nicht allein verwenden soll, da das Produkt dann schwer filtrierbar wird und unter Umständen pigmenttechnisch minderwertig ist. Übereinstimmend damit wird in keinem der Beispiele SiO_2 allein aufgebracht. In ähnlicher Weise wird in der zweiten Überzugsbildenden Stufe entweder ein ternäres System oder ein binäres System aus SiO_2 und Al_2O_3 aufgebracht, wobei das ternäre System bevorzugt wird. Eine alleinige Aufbringung von Al_2O_3 ist nicht vorgesehen. Weiterhin ist wesentlich, daß zwischen den beiden Überzugsbildenden Stufen eine Trocknungs- und Mahlstufe dazwischengeschaltet ist. Schließlich ist von Bedeutung, daß

als Al_2O_3 -Quelle jeweils nur Al -Salzlösungen verwendet werden.

Die gemäß dem Verfahren der OE-PS 2 39 937 hergestellten Pigmente weisen jedoch mehrere Nachteile auf. So sind diese zwar gegenüber Säuren widerstandsfähiger als reines Rutil, jedoch ist ihre Säurelöslichkeit keineswegs zufriedenstellend. Darüber hinaus sind der Glanz und die Emulsionsaktivität dieser Pigmente nicht optimal.

Weiterhin ist aus der US-PS 25 59 638 die Herstellung eines Rutilpigments durch Dampfphasenoxidation von TiCl_4 mit Sauerstoff in Anwesenheit geringer Mengen von AlCl_3 bekannt. Die auf diese Weise hergestellten Teilchen erhalten außer TiO_2 und Al_2O_3 gegebenenfalls auch SiO_2 . Die Teilchen sind homogen zusammengesetzt, das heißt, sie haben keine Hülle, weder eine SiO_2 -Hülle (als Innenhülle), noch eine Al_2O_3 -Hülle (als Außenhülle). Auch diese Pigmente sind hinsichtlich Säurelöslichkeit, Glanz, etc., nicht zufriedenstellend.

Aus der GB-PS 8 59 729 sind Pigmentmassen bekannt, bei denen Titandioxid mit Siliciumdioxid und Aluminiumoxid beschichtet sind. Dabei sind die aus Titandioxid bestehenden Pigmentkerne mit Mischungen aus Aluminiumoxid und Siliciumdioxid oder Aluminiumsilikaten beschichtet. Eine dichte erste Hülle aus Siliciumdioxid und eine darauf aufgebrachte zweite Hülle aus Aluminiumoxid wird bei dem Verfahren der GB-PS 8 59 729 nicht erhalten.

In ähnlicher Weise sind aus der BE-PS 6 61 398 Pigmente bekannt, die mit Mischungen von wenigstens zwei Oxiden, zu denen auch Siliciumdioxid und Aluminiumoxid gehören können, beschichtet.

Schließlich ist es aus der US-PS 29 57 753 bekannt, daß TiO_2 -Pigmente häufig Al_2O_3 als Rutil-Bildner enthalten können.

Alle diese bekannten Pigmente sind jedoch hinsichtlich der oben genannten Eigenschaften ebenfalls nicht zufriedenstellend.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, Pigmentmassen zur Verfügung zu stellen, die gegenüber Säuren beständiger sind, einen höheren Glanz und eine geringere Emulsionsaktivität aufweisen, wobei die aus diesen Pigmenten hergestellten Filme eine gute Deckkraft und eine hohe Wetterbeständigkeit haben.

Gegenstand der Erfindung sind Pigmentmassen aus kristallinem Titandioxid, das durch Dampfphasen-Oxidation von Titantrichlorid gewonnen wurde, und mit einer Haut von dichtem, amorphem Siliciumdioxid in einer Menge von 0,5 bis 25 Gew.-% überzogen ist, welche dadurch gekennzeichnet sind, daß die Siliciumdioxidhaut ihrerseits von 0,5 bis 25 Gew.-% ausgefällttem Al_2O_3 umgeben ist, welches aus löslichem Aluminat gewonnen wurde. Die Gewichtsprozentangaben sind dabei auf das Gewicht von TiO_2 bezogen. Die Pigmentmasse stellt eine weiße, pulverige Masse dar, die Teilchen enthält, welche Kerne von pigmentartigem, kristallinem Titandioxid haben. Die Menge an ausgefällttem Al_2O_3 kann 0,5 bis 10 Gew.-% und zur weiteren Verbesserung der Festigkeit bezüglich Kreiden 20 bis 25 Gew.-% betragen.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung der Pigmentmasse, bei dem man auf Titandioxidteilchen, die durch Dampfphasen-Oxidation von Titantrichlorid hergestellt sind, einen Überzug von dichtem, amorphem Siliciumdioxid in einer Menge von 0,5 bis 25 Gew.-% des Titandioxids aufträgt, indem man eine wäßrige Aufschlämmung der Titandioxidteilchen mit der erforderlichen Menge von Natriumsilicat-

lösung vermischt, dann das Gemisch bei einem pH-Wert oberhalb 8 und einer Temperatur zwischen 40°C und dem Siedepunkt des Wassers und bei einer Alkaliionenkonzentration von unter etwa 1 n kräftig durchmischt, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man der Aufschlämmung der mit SiO_2 überzogenen TiO_2 -Teilchen bei einem pH unter 7 eine wäßrige Aluminat-Lösung in einer Menge zusetzt, die 0,5 bis 25 Gew.-% Al_2O_3 , bezogen auf TiO_2 , ergibt, dann den pH-Wert allmählich in den Bereich zwischen 7 und 8 erhöht und die Aufschlämmung solange in diesem pH-Bereich hält, bis alles vorhandene lösliche Aluminium in Form eines wasserhaltigen Aluminiumoxids niedergeschlagen ist, und daß man die Pigmentteilchen in üblicher Weise isoliert, trocknet und vermahlt. Vorzugsweise wird dabei die Aluminiumoxid-Umhüllung aus löslichem Natriumaluminat aufgebracht.

Eine besonders bevorzugte Ausführungsform der Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß man Titandioxidpigmentteilchen mit einem Gehalt an 0,3 bis 3 Gew.-% Aluminiumoxid verwendet, die durch gleichzeitige Dampfphasen-Oxidation von Aluminiumchlorid und Titantrichlorid erhalten wurden, und deren mittlere Teilchengröße zwischen 0,2 bis 0,5 Mikrometer im Durchmesser beträgt, daß man Siliciumdioxid in einer Menge zwischen 5 und 10% darauf abscheidet, wobei die Alkaliionenkonzentration während des Überzugsverfahrens unter 0,3 n gehalten wird, daß die Aufschlämmung bei der Ausfällung des Aluminiumoxids auf einen pH-Wert unter 3,5 angesäuert wird, und daß die Trocknung des Produkts bei einer Temperatur unterhalb 250°C erfolgt.

Den vorzugsweisen Gehalt an 0,3 bis 3 Gew.-% Aluminiumoxid in den Titandioxidpigmentteilchen erhält man durch die gleichzeitige Dampfphasen-Oxidation von Aluminiumchlorid. Die mittlere Teilchengröße des Titandioxids kann zwischen etwa 0,1 und 1 Mikrometer im Durchmesser liegen.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt das Durchmischen so schnell, daß dabei nur ein ganz geringer Teil an Siliciumdioxid-Gel im Gemisch ausfällt. Unter diesen Arbeitsbedingungen wird dann das Siliciumdioxid in Form eines dichten, fest haftenden, amorphen Überzugs auf den Titandioxidteilchen niedergeschlagen. Der dabei gebildete Schlamm wird dann mit einer wäßrigen Aluminat-Lösung, vorzugsweise Natriumaluminat-Lösung, versetzt, die 0,5 bis 10 Gew.-%, gegebenenfalls hinaus bis zu 20 oder 25 Gew.-% Al_2O_3 , bezogen auf TiO_2 , ergibt. Die Gewinnung des Produkts erfolgt vorzugsweise durch Filtration und Waschen, um dadurch wenigstens einen Hauptteil der während der Reaktion gebildeten löslichen Salze zu entfernen. Die Entfernung des restlichen Wassers erfolgt vorzugsweise nach dem Sprühtrocknungsverfahren. Das Mahlen schließlich erfolgt vorzugsweise mit einer Strahlmühle.

Erfindungsgemäß wurde festgestellt, daß das grieselige Aussehen und die niedrige Deckkraft der aus der US-PS 28 85 366 bekannten, mit Siliciumdioxid beschichteten Pigmentteilchen mit einer schwierigen oder unvollkommenen Dispergierbarkeit des beschichteten Pigmentes zusammenhängen.

Durch die vorliegende Erfindung werden Pigmentmassen zur Verfügung gestellt, die in flüssigen Überzugsmassen äußerst leicht dispergierbar sind. Diese leichte Dispergierbarkeit offenbart sich dabei durch die Tatsache, daß die Filme hervorragend glatt und deckfähig sind und darüber hinaus ihre hervorragende Haltbarkeit beibehalten, wenn nach diesen

Verfahren behandelte Pigmente in flüssigen Überzugsmassen dispergiert sind, und wenn solche Massen aus dünnen Filmen getrocknet werden. Erfindungsgemäß wurde gefunden, daß nach Überziehen eines Rutil-Pigmentes mit dem Siliciumdioxid in der besonderen Art und Weise und nachfolgender Behandlung des so überzogenen Pigmentes mit einem besonders hergestellten Aluminiumoxid das Erzeugnis dann filtriert, gewaschen, getrocknet und in Strahlmühlen gemahlen werden kann, wobei sich ein Produkt ergibt, das ohne Einbuße an Haltbarkeit bzw. Wetterfestigkeit leicht dispergierbar ist.

Erfindungsgemäß wurde weiterhin festgestellt, daß die Pigmentmassen gegenüber Säuren wesentlich beständiger sind als die bekannten Pigmentmassen, und daß es hinsichtlich des Glanzes und der Emulsionsaktivität wesentlich ist, daß die Al_2O_3 -Hülle aus Aluminatlösungen und nicht aus Aluminiumsalzlösungen erhalten werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentmassen weisen somit eine einzigartige Kombination von Eigenschaften auf, welche sie außergewöhnlich nützlich machen. Wenn sie in Verbindung mit filmbildenden Stoffen verwendet werden, so haben die daraus hergestellten Filme gute Deckkraft und sind äußerst wetterfest. Ferner sind die Massen hervorragend dispergierbar, und zwar sowohl bei Mahlverfahren als auch während der Zubereitung und Anwendung von Farben, die diese enthalten.

Das Kernmaterial

Das erfindungsgemäß behandelte Titandioxid-Pigment kann durch Dampfphasen-Oxidation von Titantrichlorid bei hohen Temperaturen und insbesondere durch die gleichzeitige Dampfphasen-Oxidation von Titantrichlorid und Aluminiumchlorid hergestellt werden (US-PS 25 59 638). Die mittlere Teilchengröße des Titandioxids sollte zwischen 0,05 und 0,5 μ im Radius betragen, das heißt, der Durchmesser sollte zwischen 0,1 und 1,0 μ liegen.

Besonders bevorzugt werden Teilchen mit Radien von 0,1 bis 0,25 μ . Die Menge an Aluminiumoxid liegt gewöhnlich zwischen 0,3 und 3%, bezogen auf das Gewicht an TiO_2 . Pigmentartige Teilchen mit mittleren Teilchengrößen in diesen Bereichen sind für die Verbesserung durch das erfindungsgemäße Verfahren verantwortlich. Die größeren Teilchen sind normalerweise Aggregate, die vor ihrer Verwendung zerkleinert werden müssen, damit die besten Ergebnisse, beispielsweise hinsichtlich guten Glanzes in einer Farbe und der Farbdeckfähigkeit, erhalten werden. Aus diesen Gründen sollen die Ausgangsteilchen des Grundpigmentes, welche erfindungsgemäß beschichtet werden, vorzugsweise am Anfang gut dispergiert sein.

Überziehen der Kernteilchen mit Siliciumdioxid

Es ist wichtig, daß der Siliciumdioxidüberzug auf dem Titandioxid eher dicht als porös ist und um die einzelnen Titandioxidteilchen herum in Form eines Filmes oder einer Haut vorliegt. Die Menge an Siliciumdioxid, das in Form freier Siliciumdioxidstücke oder in Gelform vorliegt, sollte minimal sein. Bei der Untersuchung im Elektronenmikroskop mit hoher Vergrößerung läßt sich die Art des Überzugs auf den Titandioxidteilchen leicht sehen, da die Dichte von Titandioxid grob etwa zweimal die Dichte des Siliciumdioxids ist, und da der Elektronenstrahl das Siliciumdioxid leichter durchdringt als das Titandioxid, so daß sich ein scharfer Kontrast in der Dichte des Bildes aus den Elektronenmikrofotogra-

fien ergibt. Derartige Mikrofotografien von Titandioxid, das gemäß dem Verfahren der US-PS 28 85 366 mit Siliciumdioxid beschichtet wurde, zeigen deutlich, daß das Siliciumdioxid in Form eines Überzugs von im wesentlichen gleichförmiger Dicke um die Titandioxidteilchen herum vorliegt. Im Gegensatz hierzu liegt bei Elektronenmikrofotografien von Titandioxidteilchen, bei denen Siliciumdioxid unterschiedslos nach herkömmlichen Verfahren niedergeschlagen wurde, das Siliciumdioxid in Form einer voluminösen Masse von extrem feinen Teilchen vor, das heißt, es wurde ein Siliciumdioxid-Gel zwischen den Titandioxidteilchen gebildet und in keiner Weise auf diesen Teilchen.

Die oben erwähnte US-PS 28 85 366, deren gesamte Offenbarung hier mit umfaßt sein soll, beschreibt verschiedene Wege, nach denen ein dichter Siliciumdioxidüberzug auf verschiedenen Trägern bzw. Substraten gebildet werden kann. Bei einem besonders zweckmäßigen Verfahren der vorliegenden Erfindung entsteht das verwendete Titandioxidpigment als Reaktionsprodukt durch Dampfphasen-Oxidation von Chlorid in einem entsprechenden Reaktor. Das Siliciumdioxid wird auf diesem Produkt dadurch gebildet, daß man das Titandioxid in Wasser aufschlämmt, eine ausreichende Menge Ammoniak oder eine andere geeignete basische Verbindung zusetzt, um den pH-Wert auf wenigstens 7 anzuheben, und daß man dann die gewünschte Menge an Siliciumdioxid, vorzugsweise etwa 3,6 kg Siliciumdioxid auf 45,4 kg TiO_2 , in Form einer Natriumsilicat-Lösung zusetzt, wodurch der pH-Wert auf über etwa 8 ansteigt. Anschließend setzt man dann langsam verdünnte Schwefelsäure oder eine andere saure Verbindung zu, bis der pH-Wert auf etwa 7 oder darunter gesunken ist.

Während der Siliciumdioxidabscheidung ist es erwünscht, in der Reaktionszone im wesentlichen gleichmäßige Bedingungen zu halten, um eine Ausfällung von wesentlichen Mengen an freiem Siliciumdioxid-Gel zu verhindern. Dies wird dadurch erreicht, daß man gut durchrührt und die Säure mit einem Verteiler einbringt, mit dem sich eine lokale Überkonzentration von Säure vermeiden läßt. Der pH-Wert kann kontinuierlich nachgeregelt werden und sollte schrittweise absinken, während das Natriumsilicat neutralisiert wird. Nach Beendigung der Neutralisation kann der Schlamm gegebenenfalls über Perioden von beispielsweise 1 Stunde gehärtet werden, damit sich die Abscheidung von Siliciumdioxid auf der Oberfläche der TiO_2 -Teilchen vervollständigen kann.

Genauer gesagt wird also bei dem Verfahren zum Überziehen der Kernteilchen Titandioxid-Pigment in Wasser zur Bildung eines Schlammes mit einer TiO_2 -Konzentration von 100 bis 700 g oder darüber zum wirtschaftlichen Arbeiten, vorzugsweise in dem höheren Konzentrationsbereich, dispergiert. Der pH-Wert des Schlammes wird auf wenigstens 8 eingestellt, und es wird eine lösliche, das heißt »aktive« Form von Siliciumdioxid zugesetzt. Hierzu gehören lösliche Kieselsäure, die durch Deionisierung alkalischer Silikatlösungen hergestellt wurde, sowie andere Formen, die in der US-PS 28 85 366 beschrieben sind. Mit dem Ausdruck »aktives Siliciumdioxid« werden im allgemeinen die verschiedenen Formen dieses Agens bezeichnet. Natriumsilicatlösung, die in Verbindung mit einer Säure verwendet wird, ist das bevorzugte Agens.

Zu diesem alkalischen Schlamm wird dann unter gutem Rühren eine Säure, insbesondere Schwefelsäure, zugesetzt, so daß das saure Reagens sehr rasch in das

alkalische Medium diffundiert, wodurch im wesentlichen lokale pH-Bedingungen unter 8 vermieden werden. Eine verträgliche saure Substanz ist gewöhnlich eine handelsübliche Säure, wie Schwefelsäure, Salpetersäure, Salzsäure, Essigsäure usw. Es kann jedoch irgend eine saure Substanz verwendet werden, die das Produkt weder entfärbt noch mit ihm reagiert, so daß kein unerwünschter Feststoff ausfällt. Beispiele hierfür sind Natriumbisulfat, Phosphorsäure, die sauren Phosphate, Kohlensäure usw. Genügend Säure wird unter diesen Bedingungen zur Ausfällung des Siliciumdioxids und zur Erniedrigung des pH-Werts des Schlammes auf 8 oder darunter zugesetzt.

Der Beschichtungsvorgang wird vorzugsweise bei einer erhöhten Temperatur unterhalb des Siedepunktes des Schlammes durchgeführt, beispielsweise zwischen 40°C und dem Siedepunkt, und die gegebenenfalls vorhandenen Alkaliionen werden auf einer Konzentration von < 1 n, vorzugsweise < 0,3 n, gehalten. Bevorzugte Verfahren sind in der oben erwähnten US-PS 28 85 366 beschrieben. Die Menge an Siliciumdioxid in dem Überzug kann zwischen 0,5 und 25% schwanken und beträgt vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-%, berechnet als SiO_2 und bezogen auf den TiO_2 -Gehalt des Produktes.

Obgleich das Endprodukt der Erfindung eine größere Oberfläche/g Produkt aufweist als das Grundpigment, wird dies zum kleinen Teil auf die sehr feinen Teilchen von Siliciumdioxid zurückgeführt, die aus den komplexen Teilchen während der Handhabung und der Mahlstufen verdrängt wurden, und zum großen Teil auf das schließlich ausgefällte Aluminiumoxid. Der Grundcharakter der einzelnen, mit Siliciumdioxid überzogenen Teilchen dürfte ziemlich nahe demjenigen gleichen, der in der US-PS 28 85 366 hinsichtlich der Oberflächenparameter angegeben wurde. Eine genaue Befolgung der Ausfällgeschwindigkeit des Siliciumdioxids, wie sie in der genannten US-Patentschrift angegeben ist, ist in diesem Fall nicht erforderlich, obgleich dieses Verfahren den gewünschten Siliciumdioxid-Überzug gewährleistet. Es ist nur wesentlich, daß ein dichter im wesentlichen vollständiger Überzug durch Ausfällung unter alkalischen Bedingungen erreicht wird.

Verschiedene Verfahren zur Vermeidung von Stellen mit niedrigem pH-Wert während der Ansäuerungsstufe können verwendet werden. Gute Durchmischung und Zugabe von ziemlich verdünnten Säuren sind ratsam. Als weitere Schutzmaßnahmen gegen die Bildung von Taschen mit niedrigem pH-Wert, die eine ziemlich lange Lebensdauer haben, sollte die saure Lösung in dünnen Strömen an einer Vielfalt von Punkten injiziert und in das alkalische Medium diffundiert werden. Rührung und schnelle Diffusion können durch Rezirkulation des Schlammes durch eine Pipeline erreicht werden, in die Reihen von dünnen Strömen an Säure eingespeist werden. Ein einziger Säurezufluß reicht aus, wenn das Zugabeverhältnis niedrig ist, eine Vielzahl von Zuläufen erhöht die Produktionskapazität der Einheit. Verdünnte Schwefelsäure zwischen 5 und 25%, die in dünnen Strömen eingeleitet wird, erwies sich für ein Verfahren in großem Maßstab als zufriedenstellend.

Wenn die oben beschriebenen Bedingungen zur Anwendung kommen, wird das Siliciumdioxid auf den vorhandenen Titandioxidteilchen abgeschieden, und nur ein ganz unbedeutender Teil davon wird als freies Siliciumdioxid-Gel niedergeschlagen, welches nicht auf den Pigmentteilchen haftet. Die Gegenwart von freiem Siliciumdioxid-Gel kann in dem Endprodukt durch das

Elektronenmikroskop festgestellt werden. Seine Anwesenheit kann ferner durch ein Ansteigen der Viskosität des Schlammes angezeigt werden, und zwar insbesondere dann, wenn derartige Viskositäts erhöhungen nicht gleichförmig über den ganzen Satz hinweg verteilt sind, sondern eher auf lokale Flächen bzw. Bereiche beschränkt sind.

Das »lösliche« oder »aktive Siliciumdioxid« wird vorzugsweise in Form einer Natriumsilikatlösung oder eines ähnlichen wasserlöslichen Alkalisilikats, wie Kaliumsilikat, eingesetzt. Natriumsilikate mit einem breiten Bereich an $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnissen können verwendet werden, vorzugsweise soll jedoch der Gehalt an Na_2O genügend hoch sein, damit sich für die Verwendung eine klare Wasserlösung ergibt. Deionisierte Natriumsilikatlösungen, die durch Zusammenbringen solcher Lösungen mit Kationenaustauscherharzen hergestellt werden, können verwendet werden. Hierdurch wird der Gehalt an löslichem Salz in dem Schlamm verringert und die Menge an erforderlicher Säure stark herabgesetzt. Die mehr oder weniger vollständige Abwesenheit von Salzen kann jedoch zu Schwierigkeiten bei der anschließenden Filtrationsstufe führen, die wesentlichen und wichtigen koagulierenden Ionen können jedoch bei der anschließenden Stufe mit eingebracht werden, wenn Aluminium zugesetzt wird.

Die Aluminiumzugabe

Die mit Siliciumdioxid überzogenen Teilchen in dem Brei werden dann in situ mit gefälltem wasserhaltigen Aluminiumoxid in Mengen zwischen 0,5 und 10 Gew.-%, berechnet als Al_2O_3 und bezogen auf das TiO_2 , behandelt. Gegebenenfalls kann das Aluminiumoxid in Mengen bis zu 20 oder 25% niedergeschlagen werden, um eine weitere Verbesserung der Festigkeit bezüglich Kreiden der Pigmente zu erreichen. Bevorzugt ist eine Menge zwischen 2 und 5%. Dies erfolgt durch Zusatz eines löslichen Aluminats, vorzugsweise Natriumaluminat, zu dem Schlamm, während man den pH-Wert des Schlammes auf unter etwa 7 hält und ihn dann zur völligen Ausfällung des Aluminiumoxids und Schaffung eines im wesentlichen neutralen Produktes nahezu neutral einstellt.

Die Ausfällung des Aluminiumoxids muß unter geeigneten Bedingungen erfolgen. Grob gesagt ist es wesentlich, daß Aluminiumoxid aus einer sauren Lösung mit einem pH-Wert unter etwa 7, vorzugsweise unter 5, auszufallen. Man bedient sich dabei der gleichzeitigen Zugabe einer Aluminat-Lösung und einer Säure oder eines sauren Salzes, in solchen Mengen, daß der pH-Wert auf unter 6 gehalten wird. In einem besonderen Fall konnte dieses Simultanverfahren bei pH 5 durchgeführt werden, wobei der größte Teil des Aluminiumoxids unmittelbar und der Rest nach Einstellung des pH-Wertes auf etwa 7 ausfiel. In jedem Fall ist es erwünscht, den pH-Wert des Schlammes nahezu neutral einzustellen, wie beispielsweise auf pH 7 bis pH 8, bevor man filtriert und wäscht.

Das so ausgefällte Aluminiumoxid bedeckt die Pigmentteilchen nicht notwendigerweise, bildet jedoch wenigstens eine separate, innig mit diesen vermischte Phase. Obgleich das Elektronenmikroskop nicht zwischen dem Siliciumdioxid und dem Aluminiumoxid unterscheidet, wird dieser Schluß aus dem Aussehen der Elektronenmikrofotografien entnommen, die vor und nach Zugabe des Aluminiumoxids aufgenommen wurden. Wenn das Aluminiumoxid unter den Bedingungen eines hohen pH-Wertes zugesetzt und dann angesäuert

wird, werden die hierin beschriebenen hervorstechenden Vorteile nicht erhalten.

Gewinnung des Produktes

Der durch die eben beschriebenen Verfahrensstufen behandelte Schlamm aus TiO_2 hat bestimmte charakteristische rheologische Eigenschaften. Obgleich er sehr thixotrop ist, kann er auf den üblichen Vakuumdrehfiltern aufgenommen und entwässert werden und auch auf dem Filter gewaschen werden. Wenn er jedoch von dem Filter entfernt und zum Waschen wieder zerkleinert wird, so wurde gefunden, daß er aufgrund seiner extremen Thixotropie ziemlich schwer handhabbar war. Aus diesem Grund erfolgen das Filtrieren und Waschen ohne die Entfernung von dem Filter. Die löslichen Salze werden so herausgewaschen. Das Waschen wird vorzugsweise solange fortgesetzt, bis das Filtrat ziemlich frei von Ionen ist. Der gewaschene Kuchen kann dann getrocknet werden.

Die Trocknungs- und Mahlstufen

Das bevorzugte technische Verfahren zum Trocknen des Produktes ist Sprühtrocknung entweder mit erwärmter Luft oder mit überhitztem Dampf, vorzugsweise bei Temperaturen, bei denen das Pigment nicht auf über 450°C erwärmt wird. Abänderungen der Trocknungstemperatur können angewendet werden und ergeben eine untergeordnete Steuerung der Eigenschaften des Fertigpigments.

Das getrocknete Pigment kann vermahlen werden, was vorzugsweise in einer Strahlmühle erfolgt, um so lose Aggregate zu zerstören, die sich während des Trocknens gebildet hatten.

Die Produkte

Elektronenmikrografien der wie oben beschriebenen hergestellten Produkte zeigen das Vorhandensein eines gleichförmig dichten Überzugs auf dem TiO_2 . Im Hintergrund zeigen sich leichte Überbleibsel, die aller Wahrscheinlichkeit nach loses Siliciumdioxid oder Aluminiumoxid sind, das von dem Mahlverfahren her stammt. Das Pigment ist leicht dispergierbar in herkömmlichen Trägern und ergibt Überzugsmassen mit all den herkömmlichen Vorteilen solcher Massen, die mit Titandioxid pigmentiert wurden. Die Massen haben jedoch zusätzlich die Vorteile, daß die Filme nach dem Aufbringen glatt und fehlerfrei sind, wobei diese Filme hohe Deckkraft und hervorragende Wetterbeständigkeit haben. Die Erfindung wird anhand des folgenden Beispiels näher erläutert.

Beispiel

Dieses Beispiel zeigt ein Verfahren zur Anwendung der erfindungsgemäßen Verbesserung auf ein typisches Rutil-Pigment. Das verwendete Grund- oder Kernmaterial wurde durch die Dampfphasen- bzw. Hochtemperaturoxidation von Titantrichlorid-Dampf hergestellt, der eine Menge an Aluminiumtrichlorid enthielt, die $1,2\%$ Al_2O_3 entsprach, bezogen auf TiO_2 . Die Dämpfe wurden in einer Hochtemperaturreaktionszone mit Sauerstoff vermischt, der eine geringe Menge Wasserdampf und eine kleine Menge Kaliumchlorid enthielt (US-Patentschriften 27 91 490, 24 88 440, 25 59 638 und 32 08 866). Das so hergestellte Ausgangsrutil-Pigment hatte eine normale Verteilung des Teilchendurchmes-

sers mit einer maximalen Häufigkeit von $0,22 \mu$ und einer Oberfläche von $8,5 \text{ m}^2/\text{g}$.

19 100 kg dieses Pigments wurden in so viel Wasser aufgeschlämmt, daß sich eine Konzentration von 720 g/l ergab. Diese Aufschlämmung hatte aufgrund von restlichem HCl und Cl_2 aus der Oxidationsstufe einen pH-Wert von 3,7. Der Schlamm wurde in einem Tank hergestellt, der einen starken Flügelrührer aufwies. Abschließend wurde so viel Wasser zugesetzt, daß sich dadurch die TiO_2 -Konzentration auf 300 g/l verringerte.

Hierauf wurden 170 l eines 28prozentigen wäßrigen Ammoniaks zugesetzt, um den pH-Wert auf 9,1 zu erhöhen, und während man etwa 2 Stunden lang rührte, damit eine gute Durchmischung und eine stabile Bedingung an Alkalität gewährleistet wurde, setzte man 7615 l Natriumalkalilösung mit 200 SiO_2/l , entsprechend 8 Gew.-% SiO_2 , bezogen auf das TiO_2 , zu. Der pH-Wert betrug dann 11,0. Zur weiteren Verringerung der Pigmentkonzentration wurden 200 g/l und somit 24 703 l Wasser zugesetzt, und die Aufschlämmung wurde in etwa 1 Stunde auf 90°C erwärmt. Der pH-Wert der Aufschlämmung wurde dann schrittweise erniedrigt, und das SiO_2 wurde auf den Titandioxidteilchen ausgefällt, indem man 10prozentige Schwefelsäure durch eine Spezialverteilerleitung zusetzte, die 6,35 mm starke Löcher im Abstand von 30,5 cm aufwies und horizontal gerade oberhalb des Schlammes angebracht war. Die Zugabe von 7800 l Säure erfolgte über einen Zeitraum von 5 Stunden. Durch in dem Tank angeordnete pH-Elektroden wurde gezeigt, daß der pH-Wert des Schlammes während dieses Zeitraumes schrittweise erniedrigt wurde, und dabei oberhalb 8 bis nahe zum Ende der Säurezugabe hin verblieb. Die pH-Wert-Ablesungen im Verlaufe der Zeit waren folgende:

Beginn der Säurezugabe	11,0
1 Stunde	10,2
2 Stunden	10,2
3 Stunden	9,7
4 Stunden	8,2
4,5 Stunden	6,1

Nach Säurezusatz wurde der Schlamm dadurch gehärtet, daß man ihn noch 1 Stunde lang weiterührte. Dann wurden 1120 l Natriumaluminat-Lösung mit etwa 0,343 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{l}$, entsprechend 2% Al_2O_3 , bezogen auf das TiO_2 , gleichzeitig mit 66° Bé Schwefelsäure über einen Zeitraum von einer halben Stunde zugesetzt, wobei die Säure so geführt wurde, daß der pH-Wert des Schlammes auf etwa 3,5 gehalten wurde und etwas Aluminiumoxid in dem Produkt ausfiel. Hierauf wurde eine Lösung aus 50% NaOH zur Einstellung des pH-Wertes auf 7 zugesetzt, wobei am Ende kleine Mengen verwendet wurden, um das System ins Gleichgewicht zu bringen und die Ausfällung des Aluminiumoxids zu vervollständigen.

Der Schlamm wurde zu Vakuumdrehwaschfiltern gepumpt, wo er aufgenommen, gewaschen und entwässert wurde. Das Waschen wurde so vorgenommen, daß der gewaschene Kuchen einen spezifischen elektrischen Widerstand von wenigstens 7000 Ohm hatte. Der entnommene Filterkuchen wurde wieder zerkleinert, wobei man gegebenenfalls ein Minimum an Wasser zusetzte, und dann zu einem Sprühtrockner geführt. In dem Sprühtrockner wurde heiße Luft verwendet, und das getrocknete Pigment erreichte dabei Temperaturen von 125 bis 150°C . Das getrocknete Pigment wurde in einer Strahlmühle mit Dampf bei 250°C gewaschen.

Dieses behandelte Pigment enthielt 3,2% Al_2O_3 und 8% SiO_2 , bezogen auf den TiO_2 -Gehalt. Wenn jedoch das Pigment mit 10prozentiger Schwefelsäure bei 50 bis 80°C 2 Stunden ausgelaugt wurde, so wurden nur 2% Al_2O_3 durch Lösen entfernt, wobei die verbleibenden 1,2% Al_2O_3 innerhalb des TiO_2 -Kerns lagen. Weiteres Auslaugen mit 20prozentiger NaOH lösten Siliciumdioxid auf, und zwar in einer Menge von 8%, bezogen auf das TiO_2 , sowie etwa 0,5% mehr Al_2O_3 , das wahrscheinlich aus dem TiO_2 -Kern stammte. Aus Auslaugversuchen dieser Art ergab sich, daß das Produkt aus einem TiO_2 -Kern bestand, der 1,2% Al_2O_3 enthielt, von dem nur ein Teil zur kaustischen Auslaugung verfügbar ist. Auf diesem Kern befindet sich eine dichte, festhaftende Schicht aus Siliciumdioxid, und außerhalb dieser Schicht ist das ausgefällte Aluminiumoxid, das für die Säureauslaugung verfügbar ist. Elektronenmikroskopische Studien zeigen, daß dieser dichte TiO_2 -Kern mit einer stärker transparenten (für Elektronen) festhaftenden Schicht aus amorphem Siliciumdioxid umgeben ist. Das ausgefällte Aluminiumoxid sieht man als lose, feine Phase zwischen den überzogenen Teilchen. Die Oberfläche des Produktes betrug 22 m^2/g .

Die undurchdringliche Natur des durch dieses Verfahren erhaltenen Siliciumdioxidüberzuges zeigt sich durch dessen Beständigkeit gegenüber heißer, konzentrierter Schwefelsäure. Eine diesem Beispiel hergestellte Probe eines Pigmentes wurde eine Stunde in 96prozentiger Schwefelsäure über einem Heizblock bei einer Temperatur von 196°C (Säuretemperatur etwa 175°C) erhitzt. Die gleiche Prüfung wurde an einer Kontrollprobe vorgenommen, die aus Rutil bestand, welcher mit 8% Kieselsäure und 2% Aluminiumoxid nach der Fällungsmethode gemäß Beispiel V B der US-PS 3146119 ausgerüstet war. Vom Produkt des vorliegenden Beispiels lösten sich weniger als 8% des Titandioxids auf, während etwa 20% des Titandioxids aus der Kontrollprobe gelöst wurden.

Das Pigment dieses Beispiels zeigt hervorragende Dispergierbarkeit in Farbträgern, und eine derartige Dispersion kann getrocknet werden und führt dann zu Filmen mit hervorragendem Glanz.

Vergleichsversuche

A Vergleichende Säurelöslichkeit

1. Herstellung der Vergleichspigmente

1. Kontrollpigment. Eine Probe von unbehandeltem Rutil wird in Wasser suspendiert (Konzentration 300 g/l). Man erhitzt die Aufschlammung auf 60°C und stellt ihren pH-Wert mittels Ammoniumhydroxid auf 8,1 ein. Das Pigment wird dann entwässert, gewaschen und getrocknet.
2. Pigment gemäß AT-PS 2 39 937. Das Verfahren gemäß Beispiel 1 der AT-PS wird wie folgt wiederholt: Man stellt durch Aufschlammung von Rutil in Wasser eine Suspension her, die 300 g TiO_2/l enthält. Die Aufschlammung wird auf 60°C erhitzt, mit Wasserglaslösung (entsprechend 3,8% SiO_2 , bezogen auf eingesetztes Pigment) versetzt und 10 Minuten gerührt. Dann gibt man eine Lösung von $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (entsprechend 4% Al_2O_3 , bezogen auf eingesetztes Pigment) zu und rührt 10 Minuten. Der pH-Wert wird dann mit NH_4OH auf 8,1 eingestellt und die Aufschlammung 30 Minuten gerührt. Sie wird dann entwässert, gewaschen und getrocknet.

3. Erfindungsgemäßes Pigment. Es wird ein Pigment nach dem Verfahren des Beispiels der vorliegenden Anmeldung hergestellt. Dieses Pigment enthält eine Haut von 7,7% dichtet, amorphem SiO_2 und eine Außenhülle von 1,7% Al_2O_3 .

II. Löslichkeitstest

Die Säurelöslichkeit der Pigmentproben wird bestimmt, indem man eine abgemessene Menge des Pigments in Schwefelsäure digeriert und sie spektrophotometrisch mit dem entsprechend behandelten TiO_2 -Standard vergleicht.

Um die Säurelöslichkeit der Proben zu bestimmen, werden 0,2000 g Pigment unter Rühren zu 10 ml Schwefelsäure (66° Be) bei einer Temperatur von 175°C zugesetzt. Die Proben werden eine Stunde bei 175°C digeriert. Danach werden die Proben abgeschreckt, indem man sie auf zerstoßenes Eis gießt, das aus destilliertem Wasser hergestellt wurde. Die Probe wird nun mit Wasser auf 100 ml verdünnt und filtriert. 10 ml des Filtrats werden mit 2 ml Wasserstoffperoxid 30%ig vermischt und mit 10%iger Schwefelsäure auf 25 ml verdünnt. Nach einer Stunde wird das Absorptionsvermögen der Probe gegenüber einer Bezugslösung bestimmt, die durch Verdünnen von 2 ml 30%igem Wasserstoffperoxid mittels 10%iger Schwefelsäure auf 25 ml hergestellt worden war.

Die Konzentration an löslichem TiO_2 wird aus der gemessenen optischen Dichte ermittelt. Die Säurelöslichkeit wird errechnet, indem man den Prozentgehalt lösliches TiO_2 durch 8 dividiert.

Ergebnis:

	Säurelöslichkeit
Kontrollpigment	30,1
Pigment gemäß AT-PS 2 39 937	21,3
erfindungsgemäßes Pigment	0,3

Das Pigment gemäß AT-PS 2 39 937 verbessert zwar die Säurelöslichkeit des Rutils, jedoch wird eine entscheidende Verbesserung erst durch die Erfindung erzielt.

B Vergleich von anionischem und kationischem Al als Vorläufer der Al_2O_3 -Hülle

Aus TiCl_4 hergestelltes Rutil wird in Wasser aufgeschlämmt (TiO_2 -Konzentration etwa 300 g/l). Auf die TiO_2 -Teilchen wird ein dichter Überzug von SiO_2 aufgebracht, indem man nach dem Verfahren von Seite 18, Zeile 20 bis Seite 20, Zeile 8 der OS arbeitet, jedoch mit der Ausnahme, daß jetzt die Gesamtmenge an Natriumsilikat ausreicht, um etwa 5% SiO_2 (bezogen auf das Gewicht des TiO_2) niederzuschlagen. — Die so erhaltene Aufschlammung wird in zwei Teilmengen aufgeteilt, die gesondert mit Al_2O_3 nach folgendem Verfahren behandelt werden:

Versuch 1 (Kolonne I)

Die TiO_2 -Aufschlammung wird in einem Rührgefäß auf 90°C erhitzt. Man setzt gleichzeitig Natriumaluminatlösung und 50%ige Schwefelsäure unter Rühren in einem Zeitraum von etwa 30 Min. in der Weise zu, daß

der pH-Wert bei etwa 3,5 gehalten wird. Es wird so viel Natriumaluminat zugesetzt, daß etwa 2 Gew.-% Al_2O_3 (bezogen auf TiO_2) ausfallen. Nach Neutralisation wird filtriert, gewaschen, getrocknet und geprüft.

Versuch 2 (Kolonne 2)

Ein anderer Anteil der gleichen TiO_2 -Aufschlämmung wird in einem Rührgefäß auf 90°C erhitzt. Zu dieser Aufschlämmung werden gleichzeitig Aluminiumsulfatlösung und Natriumhydroxidlösung so zugesetzt, daß der pH-Wert der Aufschlämmung bei 6,5 gehalten wird. Es wird so viel Aluminiumsulfatlösung zugefügt, daß der Al_2O_3 -Gehalt schließlich etwa 2 Gew.-% des TiO_2 beträgt. Während des Zusatzes des Aluminiumsulfates (etwa 30 Min.) wird ständig gerührt. Die Aufschlämmung wird filtriert, das Pigment gewaschen, getrocknet und geprüft.

Ergebnis:

	Probe	
	1 anionisch	2 kationisch
Art der Al_2O_3 -Ausfällung	$\text{NaAlO}_2/50\% \text{H}_2\text{SO}_4$	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
Fällungs-pH	3,5	6,5
Fällungstemperatur, °C	50	90
Filtrationsgeschwindigkeit, g/min/m ²	1623	1926
Ergebnis		
Carbon Black	14	12
Undertone		
Glanz	64	59
Viskosität, Erhöhung	49,6	162,6

Carbon Black Undertone

Die Bestimmung erfolgte durch visuelle Beobachtung. Das aus anionischem Aluminium erhaltene Pigment (erste Kolonne) hat einen blauerer Carbon Black Undertone als das Pigment aus kationischem Aluminium (zweite Kolonne). Das ist ein Anzeichen für ein verbessertes Verhalten bei der Feistmahlung im Mikronizer; es ergibt ein Produkt von verringerter Agglomeration und von geringerer Teilchengröße.

Für die Glanzbestimmung wird eine abgewogene Pigmentmenge einer technischen Anstrichrezeptur zugesetzt. Eine bestimmte Menge der pigmentierten Anstrichmasse wird auf eine Metallplatte aufgesprüht. Man brennt im Ofen ein und bestimmt den Glanz mit einem Digitalglanzmesser. Die erhaltenen Werte geben unmittelbar den Grad des Glanzes an, den der pigmentierte Film hat. Ein höherer Wert ist besser, und ein Unterschied von vier Punkten (zwischen zwei Pigmenten) stellt eine erhebliche Überlegenheit dar.

Viskosität

Es werden jeweils 38 ml destilliertes Wasser, 6 g Calgon und 100 g Pigment-Probe vermischt. Dann werden 55 g Polyvinylacetat (55% Feststoff) zugesetzt. Die cP-Viskosität wird im Brookfield-Viskosimeter zu Anfang und nach 1 und nach 5 Tagen bestimmt; nach einem Tag Alterung hatte die Viskosität stark zugenommen und erforderte einen Zusatz von 50 ml destilliertem Wasser, um ein ablesbares Resultat zu erhalten. — Die prozentuale Erhöhung der Viskosität ist ein sehr wichtiger Wert, der eine Aussage über die Stabilität eines wäßrigen Anstrichmittels erlaubt. Das aus anionischem Aluminium hergestellte Pigment führt nicht zu einer so großen Erhöhung der Viskosität als das aus kationischem Aluminium hergestellte Pigment. Daraus ergibt sich, daß das aus anionischem Aluminium hergestellte Pigment weniger reaktiv ist mit der Anstrichemulsion, was eine größere Haltbarkeit anzeigt.